

LA SPIR, UN OUTIL POUR L'ALIMENTATION DE PRECISION, DE L'USINE A L'ELEVAGE

Bastianelli Denis¹, Hogrel Patrick², Gady Cécile³

¹*CIRAD, UMR SELMET, Baillarguet TA C-112/A, 34398 Montpellier cedex 05, France*

²*CARGILL Parc d'activités de Ferchaud, 35320 Crévin, France*

³*ADISSEO France SAS, 6 Route Noire, 03600 Malicorne, France*

denis.bastianelli@cirad.fr

RÉSUMÉ

La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) est une technique analytique qui a connu un développement important dans le domaine de l'alimentation animale. Rapide et peu coûteuse, elle trouve sa place dans un contexte de besoin croissant de contrôle qualité et de traçabilité.

La première utilisation de la SPIR est l'analyse des matières premières, depuis leur production (organismes stockeurs) jusqu'à la réception des lots chez les fabricants d'aliment. La SPIR permet de mesurer la composition chimique (humidité, protéines, lipides, etc.) mais également d'estimer la valeur nutritive (digestibilité des acides aminés, énergie métabolisable) et se révèle donc un outil précieux pour la formulation. Au cours de la fabrication comme sur les produits finis, la SPIR permet aussi d'analyser les aliments composés et de vérifier leur conformité aux formules théoriques. Les nouveaux matériels permettent de mettre en place des mesures directement « en ligne » lors de la production.

L'utilisation de la SPIR peut dépasser l'usine, et des résultats récents montrent que des perspectives intéressantes se dessinent pour des mesures de digestibilité beaucoup plus proches du terrain que les expérimentations classiques. Enfin la caractérisation des effluents permet à la fois de mieux orienter leur utilisation et se servir de l'information (humidité, azote) comme aide au diagnostic de problèmes d'élevage.

ABSTRACT

NIRS: a tool for precision feeding, from the factory to the farm

Near infrared spectroscopy (NIRS) is an analytical technique which has undergone a very important development in the field of animal feeds. Rapid and cheap, it is particularly valuable in a context of increasing need for quality control and traceability.

The main use of NIRS is the raw material analysis, from their production (traders / storage facilities) down to the purchase of batches by the feed manufacturers. NIRS allows measuring chemical composition (moisture, protein, lipids, etc.) but also nutritional value (amino acid digestibility, metabolizable energy ...) and is therefore a valuable tool for feed formulation. During feed processing as well as on finished products, NIRS is also used to analyze compound feeds and to check their conformity with expected formula. New equipment also allow the settlement of "on line" measurements during production.

The use of NIRS can go beyond the feed factory, and recent results show interesting perspectives for digestibility measurements closer from real field conditions than classical experiments. At last, the characterization of effluents is a means to optimize their use, and to value the information (moisture, nitrogen) as a tool for diagnostic of rearing problems.

INTRODUCTION

Les filières animales évoluent dans un contexte technique, économique et réglementaire qui nécessitent un pilotage très fin de la qualité des produits : produire une qualité d'aliments déterminée et prouvée, au moindre coût tout en assurant la traçabilité des contrôles effectués. En conséquence, le besoin analytique présente une forte croissance ces dix dernières années. L'analyse doit être effectuée sur les matières premières, en amont et chez les fabricants, ainsi que sur les aliments, en cours de production et sur les produits finis.

Les méthodes analytiques classiques sont coûteuses en travail, en réactifs et en équipements. Mais elles sont surtout longues à pratiquer : de plusieurs heures à plusieurs jours selon les déterminations à effectuer. Or dans de nombreux contextes, la valeur de l'information produite est liée à son utilisation rapide, notamment pour la prise de décision (achat, rejet d'un lot, réglages de production, etc.). La rapidité d'analyse est alors un atout majeur dans l'optimisation qualitative et économique de l'activité. La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) est une technique analytique qui existe depuis de nombreuses années. Les premières applications agricoles datent des années 1970s, et le véritable essor de la technologie apparaît dans les années 1980s avec une évolution conjointe des matériels spectroscopiques, des capacités informatiques, et des méthodes statistiques de traitement des données (Bertrand et Dufour, 2006). Sa facilité d'utilisation et ses performances en termes de faible délai d'analyse l'ont fait se développer dans de nombreux domaines d'activité, et en particulier en agriculture, depuis le champ jusqu'aux plats cuisinés. Dans l'industrie de l'alimentation animale, la SPIR est présente depuis longtemps, mais son utilisation continue à se généraliser et les usages se diversifient, tant en termes de paramètres analysés que de nouveaux types d'applications.

La présente revue expose les principes de la technique, son utilisation actuelle chez les fabricants d'aliments et les perspectives offertes par la SPIR pour rapprocher encore l'analyse de l'utilisation réelle de l'aliment, jusqu'au terrain.

1. LA SPECTROMETRIE DANS LE PROCHE INFRAROUGE

1.1. Principes de la SPIR

La spectrométrie dans le proche infrarouge (SPIR) est une technique analytique basée sur l'absorption des rayonnements (infrarouges) par la matière organique. Cette absorption étant liée à la composition chimique des échantillons, on peut estimer cette dernière par la simple mesure de l'absorption de lumière par l'échantillon.

Cette mesure se fait avec un spectromètre, soit en «transmission» (mesure de la lumière traversant un échantillon) soit en «réflexion» (mesure de la lumière réfléchi par un échantillon). Dans les deux cas, on obtient un spectre, qui est une série de mesures d'absorption de la lumière aux différentes longueurs d'onde – conventionnellement on appelle « proche infrarouge » les longueurs d'onde juste supérieures à celles de la lumière visible, *i.e.* de 800 à 2500nm. Le spectre d'un produit est une empreinte unique, liée à la composition globale de l'échantillon, résultant de ses propriétés chimiques (composition) et physiques (densité, granulométrie). Certains constituants peuvent difficilement être dosés en SPIR, parce qu'ils n'influencent pas le spectre d'une manière détectable. C'est le cas des minéraux et des constituants présents à l'état de traces (teneurs <0.1%).

Plusieurs types de spectromètres existent. Tous sont basés sur le même principe d'absorption de la lumière, mais ils diffèrent par les technologies utilisées, et les usages visés : appareils lourds de laboratoire, appareils portables, voir utilisables sur le terrain. Leur précision, stabilité et leur prix (de 10k€ à 80k€ environ) peuvent varier.

1.2. L'analyse SPIR

La SPIR, lorsqu'elle est utilisée dans un objectif d'application quantitative, nécessite une phase d'étalonnage (ou «calibration») basée sur des mesures de référence obtenues en laboratoire, et l'établissement de modèles mathématiques qui permettront de relier le spectre PIR au résultat de ces mesures. Une des difficultés de la mise en œuvre de la SPIR est qu'un étalonnage particulier est nécessaire pour chaque type d'échantillon. Cet étalonnage nécessitant des dizaines – parfois centaines – d'analyses de référence, l'investissement analytique initial est souvent conséquent.

L'analyse par SPIR est rapide (moins d'une minute) et non destructive puisque l'échantillon n'est pas altéré par la mesure. Elle ne nécessite pas une grande quantité d'échantillon, la limite étant la représentativité de celui-ci par rapport au lot à analyser. En outre la SPIR ne nécessite pas l'utilisation de produits chimiques, ce qui présente un avantage à la fois économique et écologique (solvants, polluants).

1.3. Que peut-on mesurer avec la SPIR ?

Le spectre PIR peut être relié :

- A des informations quantitatives. C'est l'application la plus classique : la composition chimique proximale est généralement bien prédite par SPIR : teneur en eau, protéines, matières grasses ou amidon par exemple sont classiquement mesurés. Des paramètres analytiques plus précis (acides aminés, propriétés technologiques) peuvent également être étalonnés soit parce qu'ils ont une empreinte

spécifique, soit parce qu'ils sont liés à des éléments ayant une empreinte spectrale (dans quelques cas des étalonnages de minéraux sont ainsi possibles).

- A des informations qualitatives. Comme le spectre d'un produit est conditionné par l'ensemble des paramètres de composition chimique et des données physiques de l'échantillon, il synthétise de manière unique celui-ci. Des échantillons semblables ont des spectres proches, tandis que des échantillons très différents ont des spectres éloignés. Ces propriétés peuvent être utilisées pour classer ou discriminer des échantillons, comme par exemple la discrimination variétale ou la traçabilité chez les céréales (Cozzolino, 2014). En outre il est possible de déterminer si un nouvel échantillon est «typique» par rapport à une base existante, et donc d'identifier des échantillons mal classés ou aberrants.

La SPIR est une technique très utilisée dans le domaine agroalimentaire pour caractériser les matières premières et les produits finis. Mais de nombreux autres secteurs d'activité utilisent également cet outil : industrie pharmaceutique, chimie, industries des matériaux, etc.

2. UTILISATION EN AMONT DE L'USINE

2.1. Qualification des ressources

Dès la production de matières premières, la qualification des ressources est un point important pour l'orientation des récoltes, l'estimation de leur valeur et le cas échéant la rémunération des producteurs à la qualité.

Les organismes stockeurs sont équipés de spectromètres SPIR, permettant une appréciation immédiate de la qualité des céréales. Cette proximité du terrain implique un nombre considérable d'appareils : près de 2000 spectromètres en France. Ces appareils sont organisés en réseaux, qui existent de longue date (Mahaut, 2003) et font l'objet d'une coordination permettant d'assurer la validité des résultats analytiques fournis, par un contrôle et une maintenance rigoureux des étalonnages présents dans chaque appareil.

Dans le cas du blé par exemple, la qualité est prise en compte de manière conventionnelle dans l'établissement des prix aux différents maillons de la filière : entre producteur et collecteur, puis entre collecteur et utilisateur. A partir d'une teneur en protéines de référence (11.5%), une plus-value ou une réfaction pourront être appliquées. Un tel système nécessite une mesure de chaque lot livré, avec en conséquence un nombre d'analyses très important. Dans ce cas précis, la SPIR est explicitement mentionnée comme un moyen d'analyse pouvant avoir une valeur contractuelle, pour autant que sa mise en œuvre soit réalisée selon des pratiques rigoureuses (Norme NF/ISO 12099, Aliments des animaux, céréales et produits de mouture des

céréales ; Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le proche infrarouge).

2.2. Utilisation de la SPIR en sélection variétale

Encore plus en amont, la SPIR est utilisée par les sélectionneurs de matériel végétal, pour qualifier les variétés en cours de sélection. La sélection variétale nécessite en effet le phénotypage d'un nombre très important d'individus. L'analyse d'un vecteur complet de qualités est alors irréaliste si des mesures de laboratoire doivent être faites, ne permettant de vérifier les critères de qualité qu'en fin de processus de sélection. La SPIR est alors un outil très intéressant car il permet d'introduire les mesures dès les phases initiales de la sélection (Cabrera-Bosquet *et al.*, 2012).

En outre, il est possible de mesurer les caractéristiques de graines individuelles, sans les détruire (Agelet et Hurburgh, 2014), ce qui permet une sélection directement sur des graines pouvant être ensuite semées et multipliées. Ce principe a été appliqué à des céréales, du soja, mais également à des graines de format inférieur comme le colza. Ce fonctionnement n'est pas possible avec des mesures de référence et, au-delà d'une baisse des coûts de mesure, la SPIR permet donc de modifier les principes mêmes de l'évaluation qualitative.

3. LA SPIR A L'USINE D'ALIMENTS

Outre les économies (temps, argent) réalisées, la grande force de l'analyse SPIR vient de sa rapidité et de sa simplicité de mise en œuvre. Très rapide par rapport aux méthodes traditionnelles où il faut attendre des heures, voire des jours, avant d'obtenir un résultat, la SPIR le délivre en une minute après lancement de la mesure. Sa simplicité vient du peu de préparation de l'échantillon à réaliser (un simple broyage, voire parfois le produit tel quel) et au fait de devoir simplement remplir et scanner une coupelle pour obtenir un résultat lu sur l'appareil ou directement sur l'ordinateur avec intégration au système de gestion de la qualité (LIMS).

Pour toutes ces raisons, la majorité des laboratoires ou contrôles qualité devant traiter un grand nombre d'échantillons de la même manière (routine) ont investi dans des spectromètres de paillasse, dits « offline » car la mesure n'est pas effectuée en ligne mais déportée à un laboratoire à proximité. Dans le domaine de l'alimentation animale, les matières premières, qu'elles soient solides ou liquides, sont quasiment toujours analysées par SPIR. Les conditions de prise de spectre peuvent toutefois rester différentes, avec en particulier des coupelles adaptées à la taille des particules de solides (plutôt petites pour les particules fines et homogènes, plutôt grandes pour les grosses particules, graines entières, granulés,...) et des cellules destinées à contenir les liquides tout en

respectant leurs propriétés optiques et physico-chimiques.

Les analyses SPIR vont généralement être des analyses de composition qui, obtenues dès l'étape de réception, vont permettre d'accepter ou de refuser la marchandise par simple comparaison avec les spécifications (valeurs contractuelles). L'acceptation basée sur un résultat obtenu par SPIR se fait sans problème avec le fournisseur ... le refus devant quant à lui parfois s'appuyer par une analyse chimique selon une méthode de référence - la SPIR ayant dans ce cas, servi à donner l'alerte. Au-delà des critères élémentaires, des constituants plus 'sensibles' peuvent aussi être estimés : acides aminés, acides gras, etc... Dans tous les cas, sachant que les matières premières sont relativement hétérogènes (au sein d'un même camion par exemple) il est préférable de multiplier les prises d'échantillon et les analyses (avec un coût très marginal par SPIR) plutôt que de se contenter du seul résultat d'un échantillon «moyen» délivré par méthode traditionnelle. La caractérisation des lots est alors plus pertinente.

Cette première étape s'intègre pleinement dans la gestion de la qualité où il est primordial par exemple, de ne pas accepter une matière première trop humide dont le stockage dans une cellule saine pourrait mettre en péril les nombreuses tonnes de la même matière première déjà présentes.

Chaque spectromètre, connecté à un ordinateur, représente un outil de choix pour assurer la traçabilité et mettre les résultats d'analyses à disposition de tous les services de l'usine où il est implanté. Les valeurs déterminées à réception peuvent donc aussi être mises au service des formulateurs, leur permettant ainsi d'optimiser les formules d'aliments fabriqués (en termes de coûts et de performances). La formulation est bien souvent faite *à posteriori* après calcul de valeurs moyennes provenant des divers lots livrés et utilisés ensemble - mais dans l'idéal, elle devrait pouvoir se faire en continu. Le gain peut être très important dans le cas de matières premières s'éloignant notablement des valeurs des tables: l'utilisation de données prédites par SPIR (digestibilité des acides aminés, énergie métabolisable, phosphore) peut alors permettre des performances bien supérieures à une formulation classique (Montahini Neto *et al.* 2015). Nous verrons plus loin que la SPIR 'In-Line' permet de nous rapprocher de cet idéal.

En plus de cette évaluation quantitative des matières premières, l'analyse SPIR délivre des informations sur la similitude entre le spectre recueilli en routine et ceux de la base de données de calibration. Cette comparaison spectrale - exprimée par une «distance» - est une indication supplémentaire sur la conformité d'une matière première ou d'un produit fini, sachant que la seule donnée de composition chimique n'est

pas forcément suffisante. On peut ainsi éviter certaines fraudes, erreurs d'utilisation, de stockage, etc... L'opérateur qui effectue l'analyse par SPIR peut très rapidement intervenir dans le cas où un produit apparaît comme « atypique » sur la base de son spectre.

Ce qui est possible sur les matières premières est aussi réalisable sur les produits finis (en l'occurrence les aliments). Mais lorsque ces derniers sont à l'état de granulés après avoir subi une élévation de température sous l'effet de la vapeur et de la friction dans la presse, il est préférable d'attendre un retour à température ambiante avant d'effectuer une mesure par SPIR car la température influe sur le spectre. Dans certaines usines, des échantillons sont prélevés à différentes étapes pour mieux contrôler l'évolution du processus de fabrication et apporter les actions correctives nécessaires le plus rapidement possible. Des étalonnages spécifiques doivent avoir été développés auparavant pour ces divers objectifs.

Si les produits finis sont homogènes, ce qui est normalement le cas d'une présentation en farine, en miettes et même en granulés, les mêmes déterminations que pour les matières premières sont accessibles et ceci même sans avoir à effectuer de broyage. Par contre, lorsque l'aliment est trop hétérogène ou se dé-mélange facilement, une mesure en l'état n'est pas forcément optimale car les valeurs prédites présentent une répétabilité médiocre (plusieurs mesures réalisées à partir d'un même échantillon, aboutissent à des résultats différents). Accroître le nombre de coupelles lues par échantillon afin de calculer une valeur moyenne est possible, mais il est souvent plus rapide d'effectuer un broyage et d'analyser ensuite un produit présentant une structure plus homogène. Par contre, la répétition des mesures peut donner des informations sur l'homogénéité des échantillons et donc la qualité du processus de mélange (El Hagrasi *et al.*, 2001).

Les échantillons peuvent être prélevés et analysés par SPIR avant mise en stock et/ou lors du chargement des camions pour expédition. Alors, comme dans le cas des matières premières, la rapidité de mise à disposition des valeurs de composition des produits finis, mais aussi l'identification de ces derniers permettent d'agir si nécessaire avant que le produit fini quitte l'usine, et surtout avant qu'il ne soit consommé par les animaux. Les insatisfactions des clients, les retours de marchandises, les expertises suite à des pertes d'animaux après consommation d'un aliment destiné à une autre espèce - voire en dernier lieu les procès - sont des pertes, des dépenses, qui peuvent être considérables et difficiles à quantifier par anticipation, mais que la SPIR permet aujourd'hui d'éviter.

Dans les deux cas – matières premières et produits finis - même si la SPIR permet d'analyser un grand nombre d'échantillons, le facteur limitant reste encore le prélèvement des échantillons et l'acheminement de ceux-ci jusqu'à l'appareil SPIR de paillasse dans une configuration « off-line », qui induit un temps de latence entre le prélèvement et la mise à disposition du résultat. Grâce à la mesure directe en ligne (configuration « in-line » ou « on-line ») il est envisageable aujourd'hui de diminuer encore le temps de mesure et d'accroître le nombre de mesures ce qui permet d'affiner bien d'avantage le contrôle de toute la chaîne de fabrication. Cette mesure en ligne impacte beaucoup l'organisation du contrôle qualité car elle modifie les flux d'information, et génère beaucoup de données qu'il faut être en mesure de gérer efficacement. Cependant les possibilités offertes sont importantes et permettent d'améliorer encore la précision et la réactivité du processus industriels, avec par exemple une reformulation en temps réel en fonction des caractéristiques des ingrédients rentrant effectivement dans la mélangeuse. Les applications des mesures online sont en développement et devraient continuer à s'étendre dans le futur (cf §6.1).

4. UTILISATION DE LA SPIR DANS LA RECHERCHE SUR LA VALEUR NUTRITIVE DES MATIERES PREMIERES ET DES ALIMENTS

La caractérisation de la valeur nutritive se fait classiquement par bilan digestif. Cette méthode *in vivo*, nécessitant une bonne maîtrise et des infrastructures expérimentales de qualité, ne permet évidemment pas une utilisation en routine. Pour pallier ce problème des équations de prédiction de la valeur nutritive basées sur la composition chimique des aliments ont été développées. A ce niveau la SPIR peut être utilisée :

- Soit pour prédire la composition chimique des aliments, qui permet ensuite le calcul de la valeur nutritive. Des bases d'étalonnage importantes sont déjà opérationnelles chez la plupart des fabricants (cf ci dessus)
- Soit pour prédire directement la valeur nutritive : énergie métabolisable (EM) ou teneur en acides aminés (AA) digestibles. Les bases d'étalonnage, ainsi établies directement en référence aux résultats *in vivo*, sont alors plus complexes à établir et à actualiser. Un certain nombre de résultats ont été publiés autant par des organismes publics que par des entreprises privées ; des exemples rapportés dans les tableaux 1 et 2 montrent la précision obtenue dans ces modèles d'étalonnage (Gady, 2013). Dans les meilleurs cas celle-ci peut atteindre 50 à 60 kcal/kg, ce qui est inférieur à l'erreur des équations de prédiction de l'EM se basant sur la composition chimique. A partir de ce type de modèles, il est possible de

prédire et de maîtriser les caractéristiques nutritionnelles (énergie métabolisable, acides aminés digestibles, phosphore bio disponible) qui constituent les leviers majoritaires à l'optimisation du coût des aliments.

4.1. Intégration des facteurs animaux dans l'estimation de la digestibilité

La digestion résultant bien d'une interaction entre l'animal et l'aliment, et il est donc intéressant, dans le but de se rapprocher au plus près de la valeur nutritive réelle, d'intégrer dans les modèles de prédiction de la digestibilité la fraction non digérée.

Le projet DIGSPIR (financement CASDAR 2011-2014) a cherché dans quelle mesure on pouvait tenir compte des caractéristiques des fientes dans l'évaluation de la digestibilité, afin de pouvoir rendre compte des variations de la valeur nutritive dues aux caractéristiques des animaux (âge, sexe, conditions d'élevage etc...). Un des objectifs était de mettre au point des méthodes rapides d'estimation de la digestibilité, qui puissent être testées sur des animaux de caractéristiques différentes, le cas échéant dans des conditions plus proches de la réalité que les mesures en cage faites classiquement. Le projet était basé sur l'utilisation de la SPIR. Une importante base d'étalonnage (plus de 1300 échantillons) a été réalisée à partir d'essais antérieurs (conservés chez les partenaires) et d'essais réalisés sur une grande variété de régimes dans le cadre du projet.

Les résultats ont montré :

- Qu'il était possible d'estimer la digestibilité d'un aliment d'après le spectre des fientes. La précision obtenue dépend des paramètres mais elle est globalement bonne pour la digestibilité de l'énergie, de l'amidon, des protéines.
- Que la combinaison des informations des fèces et des aliments, en considérant à la fois les deux spectres, améliorerait significativement les prédictions. On peut pour chacun des paramètres voir quelle part de l'information vient de l'aliment et des fèces (Coulibaly *et al.*, 2013).
- Que des méthodes de mesure ne nécessitant pas la mise à jeun des animaux et leur logement en cage individuelle pouvaient donc être proposées, même si les étalonnages doivent être régulièrement enrichis et vérifiés par des mesures classiques de référence.

Ces résultats ne sont pas applicables en routine pour la caractérisation des matières premières et aliments lors de la fabrication, puisqu'ils nécessitent d'obtenir les fientes liées à l'utilisation de l'aliment à tester (le poulet est ici vu comme un instrument de laboratoire comme un autre). L'intérêt de cette méthode est de permettre une évaluation des ressources considérablement allégée, et elle constitue donc un outil intéressant pour la recherche appliquée, en permettant l'évaluation de nombreux échantillons

avec un travail analytique réduit, ainsi que l'étude de facteurs de variation difficilement accessibles auparavant : suivi de la digestibilité au quotidien au cours de la vie de l'animal ou lors des transitions alimentaires, digestibilité mesurée sur des animaux en parquets, etc. Il est également possible de mesurer la digestibilité chez un nombre d'animaux très important, comme c'est nécessaire pour la sélection d'animaux sur la base de leur capacité digestive.

A terme, des modèles fins de prédiction de la valeur nutritive en fonction des facteurs de variation connus (âge, souche, sexe, conditions d'élevage, ...) pourraient être développés sur la base des données produites.

4.2. Intégration des facteurs animaux dans l'estimation de la digestibilité

Le spectre SPIR d'un aliment – ou d'une fiente – contient une grande quantité d'information. Pour autant la valeur nutritive peut être influencée par des facteurs dont l'empreinte spectrale peut être faible: additifs présents en très faible quantité (enzymes, probiotiques), nature des matières premières (par ex. base blé vs maïs), facteurs antinutritionnels, technologie employée, etc. Il y a donc un intérêt potentiel à intégrer l'information SPIR à d'autres sources d'information pour établir des modèles plus précis de la valeur nutritive (Bastianelli, 2013). Dans le cas d'un aliment pour volailles on pourrait combiner :

- Le spectre SPIR de l'aliment
- La formule utilisée (% des ingrédients)
- La présence et la nature des enzymes
- Des indications technologiques: nature (granulation, extrusion) et paramètres (température ?) des procédés utilisés

En pratique ces données existent déjà dans le système d'information de l'usine. Il s'agit donc seulement de les mobiliser et d'étalonner – comme on le fait déjà pour la calibration SPIR seule – les paramètres de valeur nutritive. Cette tendance à la valorisation des données disponibles («big data») s'appliquera probablement de façon croissante à nos domaines.

5. LA SPIR SUR LE TERRAIN ?

La chaîne de production-consommation des aliments, ne se réduit pas au seul périmètre de la fabrication, et en aval de la filière, concerne aussi les éleveurs. Idéalement, la SPIR doit donc pouvoir s'adapter aux conditions d'élevage et nous aider à améliorer les performances des animaux par la réalisation de diagnostics sur site, avec un contrôle rapproché des éléments consommés sans oublier celui des effluents d'élevage.

Les progrès de l'électronique, la possible miniaturisation des différents composants contribuent à la mise sur le marché de spectromètres de plus en

plus légers, de taille de plus en plus réduite, sans trop diminuer les capacités analytiques, et qui deviennent donc « transportables » (quelques kg) et autonomes, voir même réellement « portables ». Les modalités de la prise de spectre dépendent de la configuration de chaque appareil. Le coût des appareils de terrain, encore élevé, devrait continuer à diminuer dans les prochaines années. Certains modèles transportables vont pouvoir être apportés dans l'élevage et grâce à une batterie être complètement autonomes pour scanner divers échantillons placés dans une coupelle comme au laboratoire, mais au plus près des utilisateurs. D'autres vont se loger dans une housse de transport type 'sac à dos' et une sonde placée à l'extrémité d'une fibre optique va pouvoir être amenée jusqu'à l'échantillon, plongée dans la matière. Enfin, les véritables « portables » où l'appareil est tenu d'une seule main et l'action d'analyse déclenchée par une gâchette peuvent aussi pour certains, travailler selon les deux manières précitées : utiliser une coupelle ou être directement pointé vers l'échantillon, posé au contact de l'échantillon.

5.1. Déterminer la valeur des aliments

Pour le fabricant à la ferme ces nouveaux outils, généralement moins onéreux que le matériel de pailleuse, permettront de qualifier sur place les différentes matières premières disponibles : céréales, tourteaux, et d'analyser le mélange produit ou la ration préparée. Si un écart par rapport aux valeurs cibles est constaté, la ration peut être retravaillée, corrigée, avant même d'être distribuée et ainsi permettre d'optimiser les performances des animaux. Pour le fabricant d'aliment, c'est encore une fois le gain de temps qui va être déterminant, et pouvoir estimer la qualité de l'aliment au niveau de l'élevage est essentiel en cas de problème de performances. Un aliment stocké dans de mauvaises conditions chez l'éleveur verra ses propriétés nutritives affectées quand bien même il était conforme au départ de l'usine.

5.2. Estimer la composition des effluents

Dans le cas des effluents également, l'échantillon doit préférentiellement être analysé sur place : c'est alors la technologie qui doit venir dans l'élevage. L'analyse *in situ* permet notamment la caractérisation des fientes fraîches, ce qui évite les processus de fermentations microbiennes.

Définir ainsi la composition des fientes est un diagnostic puissant qui établit le lien entre la qualité de l'alimentation, l'état sanitaire des animaux et les conditions d'élevage. Une litière humide peut tout à fait résulter d'une production de fientes trop 'humides' dans le cas de diarrhée par exemple (volaille = coccidiose, entérite...) et avoir des conséquences importantes sur les animaux, difficiles à corriger. Si par contre, il est démontré que les fèces

sont suffisamment sèches, la litière humide peut alors être le simple résultat d'un défaut de ventilation ou de fuite dans le bâtiment d'élevage (eau de boisson, eau de pluie...), en théorie plus facile à corriger (Van der Hoeven-Hangoor, 2014). Enfin, les mesures faites à la fois sur l'ingéré et sur l'excrété conduisent à l'estimation de la digestibilité de l'aliment, à définir comment celui-ci est valorisé par l'animal (cf §4.1 ci-dessus, et Bouvarel *et al.*, 2015).

Outre la possibilité de mieux alimenter l'animal pour accroître ses performances zootechniques, cette estimation permet de mieux gérer les rejets d'azote, de phosphore, de potassium et d'oligo-éléments dans l'environnement via les fumiers, lisiers, litières (Thuriès *et al.*, 2013) et de s'approcher des préconisations par espèce du CORPEN (Comité d'orientation pour des pratiques agricoles respectueuses de l'environnement). Progressivement, les préconisations CORPEN tendent vers des valeurs plus basses, qui ne sont accessibles que si la gestion est aussi continuellement affinée. Par ce pilotage plus fin des utilisations des effluents, la SPIR portable/transportable peut alors aider à faire diminuer les conséquences environnementales des activités d'élevage.

6. PERSPECTIVES

Au regard des multiples utilisations existantes et mettant en œuvre la SPIR, on peut se demander si elle a atteint les limites de son potentiel.

6.1. Contrôle et optimisation de procédés et analyses « *in situ* »

Ces dix dernières années reflètent notamment une utilisation plus intégrée et plus dynamique en lien avec les évolutions instrumentales et chimométriques permettant par exemple d'offrir de la mobilité en utilisant la technique embarquée. A titre d'exemple, et en amont de la filière, de l'instrumentation SPIR embarquée sur moissonneuse permet de caractériser la qualité de la récolte directement au champ. Ces applications sont complexes à mettre en œuvre car potentiellement affectées par du matériel contaminant le grain, des variations de température, des conditions de mesure compliquées, etc ...et cependant elle permettent une estimation pertinente de paramètres simples tels que l'humidité, la teneur en protéine brute, et matière grasse directement pendant la récolte (Montes et Paul, 2008). Au stade de la production et du contrôle de procédé, plusieurs équipes aussi étudient l'utilisation de mesures multiples par l'utilisation de sondes à fibres optiques connectées à des SPIR comme peuvent l'illustrer des études visant à quantifier la composition du lait et de la qualité des acides gras directement en salle de traite (Milkinnir research project-Agricultural Head Office of the Walloon region - DGARNE-DGO3, Belgique) ou

bien encore des mesures du profil en acides gras de filets de poulets directement sur chaînes d'abattoir.

L'industrie de la viande et de l'agroalimentaire en général est à ce jour plus avancée dans l'utilisation de la SPIR pour le contrôle en ligne et elle est maintenant bien exploitée en contrôle de bioprocédés tel que le suivi des processus de fermentations. Cependant, son potentiel tend à être de plus en plus évalué pour l'optimisation des processus de fabrication et de la traçabilité. Un des intérêts majeurs est la prise en compte de la variabilité des lots de matières premières ou d'aliments finis grâce à la mesure en continu. En fonction de l'instrumentation utilisée, les mesures effectuées par les capteurs se font sur des pas de quelques secondes, voir millisecondes avec les appareils équipés de technologies comme la transformée de Fourier (FT-NIR) ou les barrettes de diodes. Les progrès constants dans le domaine de la chimométrie permettent de supporter les transferts d'applications initialement développés en laboratoire sur les chaînes de production mais la robustesse de ces transferts reste un enjeu majeur. La mesure de spectres de qualité et exploitables au cours du processus de fabrication conditionne aussi l'implémentation de la technique dans l'usine. Les capteurs sont en effet soumis à des conditions industrielles diverses (débit, accessibilité, poussières, vibrations, etc ...) d'autant que les exemples montrent qu'en fonction des objectifs, les capteurs peuvent être placés en réception ou sortie usine mais aussi au niveau mélangeuse, et aux étapes de granulation et séchage. Les applications à date les plus expérimentées par les industriels consistent à évaluer et ségréger les matières premières entrantes, à contrôler au mieux la variabilité pour sécuriser la production, avec notamment une meilleure maîtrise de l'humidité pouvant induire des gains de consommation d'énergie. L'applicabilité concernant les ajustements potentiels des formules des aliments sur la base des informations nutritionnelles obtenues en ligne est plus complexe puisqu'à ce stade elle peut se faire sur les lots de fabrication à suivre.

La technique SPIR a aussi nettement gagné en portabilité et mobilité facilitant de façon significative l'applicabilité terrain de certains développements. Ainsi, et comme précédemment détaillé, ces techniques peuvent permettre des mesures directement en élevage pour une maîtrise de la qualité des excréta et de la litière, mesures pouvant aussi contribuer à *posteriori* comme variables explicatives des facteurs modifiant la consommation et l'excrétion d'eau ainsi que la composition des excréments.

Enfin, des instruments SPIR miniaturisés sont d'ores et déjà commercialisés et utilisables en nutrition animale pour notamment caractériser la composition élémentaire des matières premières ou des aliments composés. Des équipes travaillent aussi à intégrer la

technique proche infrarouge dans des smartphones grâce à des technologies particulières permettant d'approcher et de substituer les schémas optiques classiquement utilisés.

A ce stade de développement, les évolutions liées à la réduction de la taille de l'instrumentation ou à sa portabilité, ne permettent bien évidemment pas d'approcher le potentiel et la performance d'appareils de laboratoire. Cependant les sauts technologiques sont manifestes et les progrès rapides.

6.2. SPIR et techniques complémentaires

En parallèle du proche et moyen infra rouge, la spectroscopie Raman est complémentaire de l'analyse infrarouge et apporte une information moléculaire spécifique tout en gardant une grande praticité. Le spectre de Raman d'un composé indique donc aussi bien le type de liaison d'un composé que sa structure cristalline. La méthode est non-destructive et non intrusive et le temps de préparation est négligeable. Elle permet de travailler des matrices d'échantillons solides, liquides, ou gazeux mêmes si elles présentent une hétérogénéité. Elle est applicable aussi en conditions environnementales plus drastiques tel qu'à des hautes températures ou sous atmosphère contrôlée. De façon générale, la spectroscopie Raman permet d'obtenir des résultats similaires à la spectroscopie infrarouge bien que les méthodes diffèrent. Son utilisation est plus répandue au niveau des laboratoires en raison de son coût plus élevé. En Industries agri et agro-alimentaires, elle présente l'intérêt important de s'affranchir de la présence de l'eau qui n'est pas négativement impactante car l'eau diffuse très peu en Raman. Les évolutions techniques comme le Raman à Transformée de Fourier ont progressivement permis d'accroître les performances tout en s'affranchissant des problèmes de réactions photochimiques et de fluorescence qui étaient beaucoup plus intenses que l'effet Raman. A titre d'exemple, elle peut s'appliquer à l'identification de polluants atmosphériques, de contaminants ou de modifications dans différentes matrices tels que des produits agroalimentaires (Das et Agrawal, 2011).

6.3. SPIR et couplage de techniques

Les combinaisons et couplage de techniques associant la SPIR à par exemple la microscopie ou à l'imagerie résultent en des techniques plus avancées telles que l'imagerie hyper spectrale couplée proche infrarouge (SPIR-HIS) permettant ainsi l'obtention d'informations spectrales et spatiales des matrices analysées. Contrairement aux évolutions instrumentales précédemment citées, certains de ces couplages de techniques ne sont à ce stade pas directement et facilement applicables étant donné le temps nécessaires à l'acquisition et au traitement des images et de l'information. Cependant, ils ouvrent des

champs d'applications plus innovants et permettent de franchir certaines limites de la technique SPIR.

Ainsi, la microscopie couplée proche infrarouge permet par exemple d'investiguer la détection de protéines animales dans les aliments complets ou des mélanges d'ingrédients (Perez-Marin *et al.*, 2009; Abbas *et al.*, 2010).

La SPIR-HIS peut, quant à elle, être une méthode pertinente quand la distribution spatiale est une problématique clef et doit être déterminée. Elle peut s'appliquer à la détermination de la dureté des grains de maïs et à la caractérisation des fractions germe, endosperme vitreux et endosperme farineux (McGoverin et Manley, 2012). D'autres auteurs ont investigué le potentiel de la technique comme outil de diagnostic en lien avec le statut sanitaire de la plante voire la contamination fongique et en toxines de matières premières. La prédiction directe par SPIR de la teneur en mycotoxines n'est pas fiable, mais des travaux conduits par Williams *et al.*, 2010 ; Del Fiore *et al.*, 2010 ont montré que cette technique était capable de discriminer des grains de maïs infectés par des toxines fongiques de grains de maïs sains ; et ceci dans le contexte de travaux préliminaires montrant que les différentes espèces fongiques se caractérisaient par une signature spectrale propre en SPIR-HIS. De façon similaire, d'autres travaux rapportent le diagnostic de maladies fongiques appliqués à la caractérisation de régions du grain de blé atteintes ou pas par le Mildiou (Shahin *et al.*, 2009) ou bien aussi à la détection de l'ergot dans les céréales (Baeten *et al.*, 2009).

CONCLUSION

La technique SPIR est depuis de nombreuses années largement utilisée dans diverses industries et notamment dans celle de l'alimentation animale. Classiquement utilisée en contrôle qualité pour la mesure de paramètres simples, elle s'inscrit de nos jours, et de plus en plus, dans l'ensemble de la chaîne de valeur : des applications touchant les domaines de l'agronomie jusqu'à l'industrie agro-alimentaire. A l'échelle de la nutrition et des productions animales, elle contribue notamment à l'évaluation précise des apports nutritionnels et de leur digestibilité pour un pilotage technico-économique optimisé des aliments pour animaux, devenant ainsi un outil d'aide à la décision. A posteriori, elle permet aussi de contribuer à expliquer l'interaction aliment-animal en intégrant la fraction indigestible et en caractérisant les effluents d'élevage.

Les évolutions constantes apportées dans les domaines de l'instrumentation et de la chimiométrie offrent à la technique SPIR, seule ou associée, des champs d'investigation et des possibilités nombreuses qu'elles soient directement applicables, ou plus en support, à ce stade, à des activités de recherche. Enfin, la possibilité de faire fonctionner ces techniques en réseau, permet de maximiser le potentiel des

méthodes exploratoires et prédictives qui lui sont associées. L'exploitation éclairée de données massives ainsi générées seront autant d'axes de valorisation potentiels pour l'amont comme pour l'aval de la filière.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Abbas O., Fernandez Pierna J.A., Boix A., Von Holst C., Dardenne P., Baeten V. 2010. Anal. Bioanal. Chem. 397 (5), 1965-1973.
2. Agelet L.E., Hurburgh C.R.Jr, 2014. Talanta, 121: 288-299
3. Baeten V., Fernandez-Pierna J.A., Vermeulen P., Dardenne P., 2010. Proc. 14th Int. Conf. NIR Spectrosc., 9-13 nov. 2009, Bangkok (Thailand). S. Saranwang, S. Kasemsumran, W. Thanapase, P. Williams, eds. IM Publications, Chichester, West Sussex, UK.
4. Bastianelli D., 2013. Int. Cong. on Adv. in Poult. Prod. in the Middle East and African Countries. Antalya (Turkey), 21-25 octobre 2013.
5. Bertrand D., Dufour E. (coord.), 2006. La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques (2ème éd.), Editions Tec et Doc, Lavoisier, Paris, France. 660p.
6. Black, J. L., Hughes R. J., Nielsen S. G., Tredrea A. M., Flinn P. C., 2009. Proc. Aus. Poult. Sci. Symp., 20, 31-34.
7. Black, J. L., Hughes R. J., Geier M. S., Nielsen S. G., Tredrea A. M., Flinn P. C., 2010. Proc. Aus. Poult. Sci. Symp., 21, 51-54.
8. Bouvarel I., Fournis Y., de Tonnac A., Mika A., Couty M., Bonnal L., Juin H., Métayer J.-P., Vilariño M., Bastianelli D., 2015. Apprécier la digestibilité des aliments en élevage de poulets de chair grâce au « proche infrarouge » : premiers éléments de faisabilité. 11èmes J. Rech. Avic. Palmip. Foie Gras, 25-26 mars 2015, Tours (France).
9. Cabrera-Bosquet L., Crossa J., von Zitzewitz J., Serret M.D., Araus J.L., 2012. J. Integr. Plant Biol., 54 (5), 312-320.
10. Coulibaly I., Métayer J.P., Chartrin P., Mahaut B., Bouvarel I., Hogrel P., Bastianelli D., 2013. 10èmes J. Rech. Avic. Palmip. Foie Gras, 26-28 mars 2013. La Rochelle (France), 640-644.
11. Cozzolino D., 2014. Food Res. Int., 60, 262-265.
12. CSC, 2013. Canada soybean dispatch; CSC, Guelph, Ontario, Canada, 24p.
13. Das R.S., Agrawal Y.K., 2011. Vibrational Spectrosc., 57 (2), 163-176.
14. Del Fiore A., Reverberi M., Ricelli A., Pinzari F., Serranti S., Fabbri A.A., Bonifazi G., Fanelli C. 2010. Internat. J. Food Microbiol. 144, 64-71.
15. El Hagrasi A.S., Morris H.R., d'Amico F., Lodder, R.A., Drennen J.K., 2001. J. Pharma. Sci., 90 (9) :1298-1307.
16. Gady C., 2013. 49ème Colloque de Nutrition de l'Est Canada, 14-16 mai 2013, Québec, Canada.
17. Losada B., García-Rebollar P., Álvarez C., Cachaldora P., Ibáñez M. A., Méndez J., De Blas J. C., 2010. Anim. Feed Sci. Technol., 160 (1), 62-72.
18. Losada B., Garcia-Rebollar P., Cachaldora P., Alvarez C., Mendez J., de Blas J. C., 2009. Spanish J. Agric. Res, 7 (4), 813-823.
19. Mahaut B., 2003. Industries des céréales, 131, 2-5.
20. Mc Goverin M.C., Manley M., 2012. J. Near Infrared Spectrosc. 20, 529-535.
21. Montanhini Neto R., Francesch M., Gady C., N'Guetta E., Rouffineau F., Preynat A., 2015. 11èmes J. Rech. Avic. Palmip. Foie Gras, 25-26 mars 2015, Tours (France).
22. Montes J.M., Paul C., 2008. NIR News 19(1), 10-12.
23. Owens B., McCann M. E. E., McCracken K. J. , Park R. S., 2009. Br. Poult. Sci., 50 (1), 103-122.
24. Perez-Marin D., Fearn T., Guerrero J.E. , Guarrido-Varo A. 2009. Talanta, 80 (1), 48-53
25. Shahin M.A., Symons S.J., 2011. Comput. Electron. Agric., 75, 107-112.
26. Thuriès L., Moussard G., Oudard D., Bastianelli D., Paillat J.M., 2013. In: Proceedings of the 16th International Conference on Near Infrared Spectroscopy, 2 - 7 June 2013, La Grande-Motte (France), 468-471.
27. Valdes E. V., Leeson S., 1992. Poult. Sci., 71 (9), 1493-1503.
28. Van der Hoeven-Hangoor E., 2014. Thèse de PhD, Université de Wageningen, Pays Bas.
29. Williams P., Manley M., Fox G., Geladi P., 2010. J. Near Infrared Spectrosc., 18 (1), 49-58.

Tableau 1. Etalonnages SPIR pour la prédiction de la valeur énergétique de céréales et aliments (Gady, 2013)

Publication	N	Paramètre	Animal	Validation croisée		
				R ² _{cv}	SE _{cv}	RPD
Adisseo, 2012 (non publié)	<i>Maïs</i>	141	EMA, kcal/kg	0.80	53	2.04
			EMAn, kcal/kg	0.78	58	1.84
Adisseo, 2012 (non publié)	<i>Blé</i>	109	EMA, kcal/kg	0.79	64	2.40
			EMAn, kcal/kg	0.78	66	2.25
Valdes and Leeson, 1992b	Aliments volaille	80	EMAn, kcal/kg	0.92	(58) ²	
Garnsworthy et al, 2000	<i>Blé</i>	160	EMV, kcal/kg MS		79	1.61
			EMV, kcal/kg MS		33	1.36
			EMA, kcal/kg MS		282	0.99
Owens et al, 2009	<i>Blé broyé séché</i>	94	EMA, kcal/kg MS	0.61	65	
	<i>Blé broyé non séché</i>			0.60	65	
	<i>Blé entier séché</i>			0.32	55	
	<i>Blé entier non séché</i>			0.42	53	
Black et al, 2009	<i>Céréales</i>	101	EMA, kcal/kg		112	2.40
		102			115	2.40
Black et al, 2010	<i>Céréales</i>	132	EMA, kcal/kg		110	2.52
		157			108	2.67
Losada et al, 2009	<i>Céréales et sous produits</i>	94	EMAn, kcal/kg MS	0.82	180	2.72
			EMAn/GE, %	0.86	4.14	2.70

¹ N: Nombre d'échantillons dans la base, R²_{cv}: coefficient de détermination de la validation croisée, SE_{cv}: Erreur standard de la validation croisée, RPD=ET/SEC

² Le SE rapport dans la publication de Valdes et Leeson (1992b) est l'erreur standard de la prédiction.

Tableau 2. Etalonnages SPIR pour la prédiction de la valeur énergétique d'oléagineux et sous-produits (Gady, 2013)

Publication	N	Animaux	Validation croisée		
			R ² _{CV}	SE _{CV}	RPD
Adisseo, 2012 (non publié) <i>Tourteau de soja</i>	113	EMA, kcal/kg	0.88	74	2.34
		EMAn, kcal/kg	0.86	75	2.28
Losada et al, 2010					
<i>Oléagineux et sous produits</i>	52	EMAn, kcal/kg MS	0.95	166	4.52
		EMAn/EB, %	0.93	3.39	3.69
<i>Tourteau de soja</i>	19	EMAn, kcal/kg MS	0.32	130	1.20

¹ N: Nombre d'échantillons dans la base, R²_{cv}: coefficient de détermination de la validation croisée, SE_{cv}: Erreur standard de la validation croisée, RPD=ET/SEC

Figure 1. Spectre d'absorption d'un aliment pour volailles

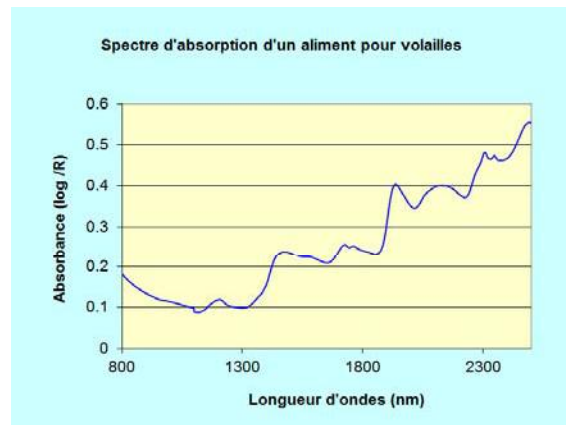


Figure 2. Relation entre l'énergie métabolisable mesurée et les prédictions obtenues avec les spectres des fientes, des aliments, ou la combinaison des deux (Coulibaly *et al.*, 2013)

